

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-23103

⑬ Int.Cl.⁴
G 01 B 11/06

識別記号

庁内整理番号
G-7625-2F

⑭ 公開 昭和64年(1989)1月25日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全4頁)

⑮ 発明の名称 層厚測定装置

⑯ 特 願 昭63-152444

⑰ 出 願 昭63(1988)6月22日

優先権主張 ⑱ 1987年6月23日 ⑲ オランダ(NL) ⑳ 8701463

㉑ 発 明 者 ベトラス・ヨハネス・ オランダ国5621 ベーアー アインドーフエンフルーネバ
 ウイルヘルムス・セフ ウツウエツハ1
 エリン

㉒ 発 明 者 ヘリット・フェルスブ オランダ国5621 ベーアー アインドーフエンフルーネバ
 イ ウツウエツハ1

㉓ 出 願 人 エヌ・ペー・フィリッ オランダ国5621 ベーアー アインドーフエンフルーネバ
 ブス・フルーイランベ ウツウエツハ1
 ンファブリケン

㉔ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 層厚測定装置

2. 特許請求の範囲

1. 低圧力で基板上に堆積する成長層の厚さを連続的に測定する層厚測定装置であって、この層厚測定装置が、光源と2本の光導体とを有し、一方の光導体が光を光源から成長層に案内し、他方の光導体が基板および成長層間の界面で反射される光と成長層およびこれを囲む雰囲気間の界面で反射する光とを、層厚測定装置に含まれる検出器に案内し、この検出器が成長層中の光路長に応じて生じる2つの反射光線間の干渉変化の結果としての光の強度の変化を指示するようになっている当該層厚測定装置において、前記の光導体を、一端が光窓により封止されている管内に存在させ、この管は化学蒸着処理が行われる空間中の条件に耐えうる材料より成っており、この管は前記の一端の側で交換自在の套管を有し、この套管も一端に光窓を有し、この套管を前記

の光導体が存在する前記の管上に摺動嵌合しうようになっていることを特徴とする層厚測定装置。

2. 請求項1に記載の層厚測定装置において、光導体が存在している管と交換自在の套管とを、低圧化学蒸着処理中にさらされる温度よりも高い軟化温度を有する溶融シリカ或いは硬質ガラスを以て構成したことを特徴とする層厚測定装置。
3. 請求項1に記載の層厚測定装置において、前記套管の長さ、光導体が存在している前記の管に対するこの套管のはめ合いとが、低圧化学蒸着処理中にガスが侵入する深さよりも長い長さの間隙を前記套管および管の両者間に規定していることを特徴とする層厚測定装置。
4. 請求項1に記載の層厚測定装置において、前記の套管の長さを20~30cmとしたことを特徴とする層厚測定装置。
5. 請求項1に記載の層厚測定装置において、

前記套管の長さを30cmとしたことを特徴とする層厚測定装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、低圧力で基板上に堆積する成長層の厚さを連続的に測定する層厚測定装置であって、この層厚測定装置が、光源と2本の光導体とを有し、一方の光導体が光を光源から成長層に案内し、他方の光導体が基板および成長層間の界面で反射される光と成長層およびこれを囲む雰囲気間の界面で反射する光とを、層厚測定装置に含まれる検出器に案内し、この検出器が成長層中の光路長に応じて生じる2つの反射光線間の干渉変化の結果としての光の強度の変化を指示するようになっている当該層厚測定装置に関するものである。フィリップス社の技術誌“Philips Technical Review 43, Jan. 1987”の第58～60頁には、低圧ナトリウムランプの外側ガラス容器の内面上に堆積されつつある赤外線反射層の厚さを測定する方法が記載されている。この層は $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ より成っている。この層の堆積は約500℃の温度で行われる。

- 3 -

することによりいかなる瞬時にも層の厚さをモニタすることができる。この測定方法は堆積処理を自動的に制御するのに用いることができる。

上述した測定装置はそれ自体では、物の外面或いは複雑な形状の面上に例えば低圧化学蒸着(CVD)処理により低圧力で反動的に堆積される層の厚さを測定するのに用いることができない。この種類の処理は技術的に益々使用されるようになっている。その理由は、層を被覆する者を例えば物理的な蒸着におけるように複雑に動かす必要なく且つその形状を問題とすることなく多数の物に同時に且つ再現的に層を被覆することができるのである。

本発明の目的は、化学蒸着処理、特に低圧化学蒸着処理で堆積される層の厚さを連続的に測定するのに用いる層厚測定装置を提供せんとするにある。

本発明は、低圧力で基板上に堆積する成長層の厚さを連続的に測定する層厚測定装置であって、この層厚測定装置が、光源と2本の光導体とを有

(2)

既知の測定装置はコアの直径が1.9mmで外径が2.5mmの2本の光導体を以て構成されている。これら双方の光導体には(これらの低温側で)結合部材が設けられており、これら結合部材にガラスファイバ束を接続しうようになっており、これらのガラスファイバ束はそれぞれ光源および検出器に対する接続部を構成している。光源の光は一方の光導体により測定側に案内され、この光導体の高温側から生じる光ビームは測定すべき層で反射された後他方の光導体で受けられ、検出器に案内される。2本の(平行な)光導体の光軸を同じ測定点に向けるために、これら光導体の端面をこれらの長手軸線に対してある角度で研削および研磨の双方またはいずれか一方を行っている。

測定原理は干渉に基づいている。光ビームは形成中の赤外線反射層の両面で反射する為、2つの反射ビームが形成され、これら反射ビームが光路長の差の結果として互いに干渉する。従って、層の厚さが増大すると、検出器は入射光の強度の変化を監視する。従って、処理装置を検出器に結合

- 4 -

し、一方の光導体が光を光源から成長層に案内し、他方の光導体が基板および成長層間の界面で反射される光と成長層およびこれを囲む雰囲気間の界面で反射する光とを、層厚測定装置に含まれる検出器に案内し、この検出器が成長層中の光路長に応じて生じる2つの反射光線間の干渉変化の結果としての光の強度の変化を指示するようになっている当該層厚測定装置において、前記の光導体を、一端が光窓により封止されている管内に存在させ、この管は化学蒸着処理が行われる空間中の条件に耐えうる材料より成っており、この管は前記の一端の側で交換自在の套管を有し、この套管も一端に光窓を有し、この套管を前記の光導体が存在する前記の管上に摺動嵌合しうようになっていることを特徴とする。

本発明による層厚測定装置は、光窓を有する交換自在の套管が存在する側の端部を以て、適切な封止手段を有する適切な孔を介して低圧化学蒸着反応器内に導入することができ、この反応器内には外面に層を設けるべき多数の物を存在させる。

- 5 -

- 6 -

これらの低圧処理では本来堆積速度は反応器内での物の位置に依存しない。従って、一方では多数の物に同時に層を設けることができ、他方では被覆処理を表す測定を技術的に適した個所で行うことができる。この一例は、例えば多数のハロゲンランプの容器に、交互に高屈折率および低屈折率とする多数の $\frac{1}{4}$ 層を以て構成する黄色光透過干渉層を設ける必要がある場合である。堆積を開始する前に層厚測定装置に、清浄な光窓を有する套管を設ける。

図面につき本発明を説明する。

第1図は、本発明による測定装置を示す部分的断面図であり、この測定装置は原理的に2本の光導体より成っており、これら光導体はコアとクラッドとを有し、コアの屈折率はクラッドの屈折率よりも大きくなっている。コアの屈折率は直径にまたがって一定にするか放物線分布にすることができる。実施例では、コアの直径を1.9mmとし、光導体の直径を2.5mmとする。光導体の長さは技術的な条件、例えば反応器の長さに適合させる。

- 7 -

止されており、測定に際しては一端が光窓12で封止された例えば石英ガラス管11よりなる套管を有する。管11と管3とは正確に嵌合させる必要があり、実際には管11の内径を管3の外径よりも例えば0.5mmだけ或いはそれより少ない値だけ大きくすることができる。套管11は20~30cmの長さとし、反応ガスが侵入して窓4に達しないようにすることができる。

第2図は測定中の状態を詳細に示すものであり、図示の端部は測定中反応器内にある。

光源9からの光は、グラスファイバ束7、カップラ5および光導体1(光窓12)を経て測定側に案内され、光ビームは窓12上に成長する層13の両面から反射する。反射した2つのビームは、光路長の差に応じて互いに干渉する2種類のモードの和となる。処理装置は層の厚さの変化に応じた光強度の変化を監視して知らせ、場合に応じ光強度を、堆積処理を制御する信号に変換する。

管3を封止する光窓4上に堆積反応が生じないようにするためには原理的に套管11を管3と同じ

- 9 -

- (3) 光導体への通常の光ファイバ或いは光ファイバ束の結合は比較的低い温度の個所で行う必要がある。その理由は、光ファイバは合成樹脂のクラッドを有している為である。長さは例えば1.5mとすることができる。光導体は双方共、管壁の厚さを例えば2mmとした熔融シリカより成る管3内に存在させる。この管は硬質ガラスを以て構成するか或いは光導体を収容する2つの細長孔を有するセラミック棒を以て構成することもできる。管3は反応器内に挿入すべき側の端部で、熔融シリカとするのが好ましい光窓4により封止する。光導体1および2はスペーサにより管内に正確に位置決めすることができ、これらスペーサのうちの2つを第1図に4Aおよび4Bで示してある。

また光導体1および2には管3から突出する彎曲端部の位置でカップラ5および6が設けられ、これらカップラには図示のようにグラスファイバ束7および8を連結することができ、これらグラスファイバ束は光源9および検出器10を有する処理装置との接続を達成する。管3は窓4により封

- 8 -

長さにする必要がある。しかし、驚いたことに実際には必ずしもこのようにする必要がないということを確認した。套管11を反応器内に完全に入れ、この套管の長さを20~30cmとし、この套管と管3との間の間隙を0.5mmとした前述した実施例では、反応器内の圧力を0.3~0.9バールとした際60分の堆積時間中に、套管の外面上に堆積された材料の1%よりも少ない材料が套管の内側の光窓上に堆積されるということを確認した。

套管の適切な長さは実際には25cmである。検査中の反応器内の温度は800℃とし、 Si_3N_4 および SiO_2 の層を反応的に交互に堆積させた。本発明による測定装置を用いて、高屈折率および低屈折率の交互の $\frac{1}{4}$ 層を700個の白熱電球の容器(エンベロープ)上に同時に堆積させる堆積処理を制御しうる。

管3および11間の間隙の長さは低圧CVD(化学蒸着)処理中にこの間隙中にガスが侵入する深さよりも長くすれば充分である。

- 10 -

(4)

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明による測定装置を示す線図的部分断面図、

第2図は、光ビームの通路を詳細に示す説明図である。

- | | |
|----------------|---------------|
| 1, 2…光導体 | 3…管 |
| 4, 12…光窓 | 4A, 4B…スペーサ |
| 5, 6…カップラ | 7, 8…グラスファイバ束 |
| 9…光源 | 10…検出器 |
| 11…石英ガラス管 (套管) | |
| 13…層 | |

特許出願人 エヌ・ペー・フィリップス・フルーイランベンファブリケン

代理人弁理士 杉 村 曉 秀

代理人弁理士 杉 村 興 作

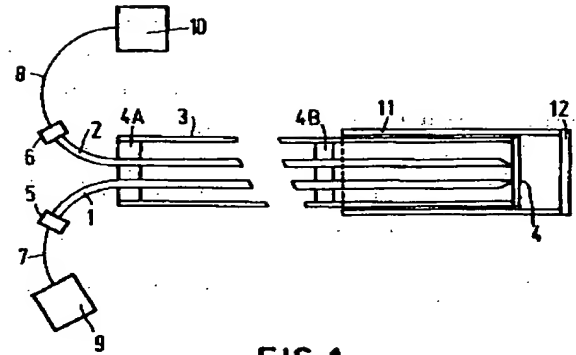


FIG.1

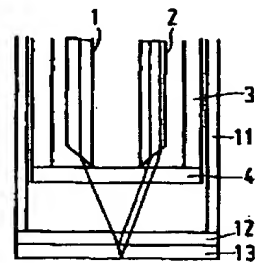
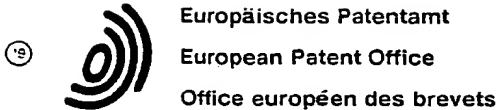


FIG.2



Publication number:

**0 296 680
A1**

①

EUROPEAN PATENT APPLICATION

② Application number: 88201260.2

③ Int. Cl. 4: G01B 11/06 , C23C 16/52

④ Date of filing: 17.06.88

⑤ Priority: 23.06.87 NL 8701463

⑥ Date of publication of application:
28.12.88 Bulletin 88/52

⑦ Designated Contracting States:
AT CH DE FR GB LI NL SE

⑧ Applicant: N.V. Philips' Gloeilampenfabrieken
Groenewoudseweg 1
NL-5621 BA Eindhoven(NL)

⑨ Inventor: Severin, Petrus Johannes
Wilhelmus
c/o INT. OCTROOIBUREAU B.V. Prof.
Holstlaan 6
NL-5656 AA Eindhoven(NL)
Inventor: Verspui, Gerrit
c/o INT. OCTROOIBUREAU B.V. Prof.
Holstlaan 6
NL-5656 AA Eindhoven(NL)

⑩ Representative: Auwerda, Cornelis Petrus et
al
INTERNATIONAAL OCTROOIBUREAU B.V.
Prof. Holstlaan 6
NL-5656 AA Eindhoven(NL)

⑪ Device for measuring layer thicknesses.

⑫ A device for the continuous measurement of the thicknesses of layers which are deposited on a substrate at low pressure, comprising a light source and two light conductors. Both light conductors are present in a pipe closed at one end by an optical window. Said end has an exchangeable sleeve which at one end comprises an optical window and which can be slid so as to fit the pipe in which the light conductors are present.

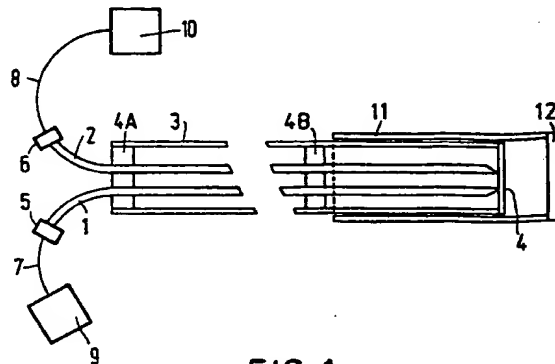


FIG. 1

EP 0 296 680 A1

"Device for measuring layer thicknesses."

The invention relates to a device for the continuous measurement of the thickness of layers which are deposited on a substrate at low pressure, comprising a light source, two light conductors one of which guides the light from the light source to the growing layer and the other light conductor guides the light reflected on the interface between substrate and growing layer and the light reflected on the interface between the growing layer and the surrounding atmosphere to a detector which also belongs to the device for measuring layer thicknesses and which indicates variations in the intensity of the light as a result of a varying interference between the two reflected light rays occurring in accordance with the optical path length in the growing layer.

In Philips Technical Review 43, pp 58-60, Jan. 1987 a method is described for measuring the thickness of an infrared-reflecting layer during the deposition on the inside of the outer glass envelope of low-pressure sodium lamps. This layer consists of $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$. The deposition of said layer takes place at a temperature of approximately 500° c.

The known measuring instrument consists of two light conductors having an outside diameter of 2.5 mm and a core diameter of 1.9 mm. Both conductors are provided (at their cold end) with a coupling member to which glass fibre bundles can be connected; they constitute the connection to a light source and a detector, respectively. The light of a light source is guided to the measuring site by one conductor. The beam emanating from the warm end, after reflection at the layer to be measured, is received by the other conductor and guided to the detector. In order to direct the optical axis of the two (parallel) conductors to the same measuring point, the end faces of the conductors are ground and/or polished at a certain angle to the longitudinal axis.

The principle of the measurement is based on interference. Since the light beam reflects at the two sides of the forming infrared reflection layer, two reflected beams are formed which interfere with each other as a result of a difference in optical path length. When the thickness of the layer increases the detector will consequently observe variations in the intensity of the incident light. From this the thickness of the layer can be monitored at any instant by a processing equipment coupled to the detector. The measuring method may be used to control the deposition process automatically.

The measuring instrument described cannot be used as such for measuring the layer thicknesses of layers which are deposited reactively at low

pressure on the outside of a product or on a surface of complex shape for example, by means of a low-pressure CVD process. The use of this type of processes is increasing in technology because herewith a large number of products can be coated simultaneously and in a reproducible manner without the products having to perform complicated movements, for example, in physical vapour deposition processes and the shape is a problem.

It is the object of the invention to provide a device for measuring layer thicknesses which can be used for continuous measurement of the thickness of layers which are deposited in a CVD process in particular in a low-pressure CVD process.

This object is achieved by means of a device for measuring layer thicknesses which is characterized in that the two light conductors are present in a pipe which is closed at one end by an optical window and which consists of a material which can withstand the conditions in the space in which the CVD process is carried out and at this end comprises an exchangeable sleeve which at one end has an optical window and which can be slid so as to fit on the pipe in which the light conductors are present.

A device for measuring layer thicknesses according to the invention can be introduced with the end on which the exchangeable sleeve with optical window is present, into a low-pressure CVD reactor through a suitable aperture provided with suitable sealing means, in which reactor a large number of articles to be provided on the outside with a layer are present. It is inherent in these low-pressure processes that the deposition rate is independent of the position in the reactor. As a result of this it becomes possible on the one hand to provide large numbers of articles with a layer simultaneously and on the other hand a measurement which is representative of the coating process can take place at a technically suitable site. This may be the case, for example, in a large number of halogen lamps the envelope of which is to be provided with a yellow light transmitting interference layer of a number of $1/4\lambda$ layers of alternately a high and a low index of refraction. Before the deposition is started the device for measuring the layer thickness is provided with a sleeve having a clean optical window.

The invention will now be described in greater detail with reference to a practical embodiment and the accompanying drawing of which

Fig. 1 is a diagrammatic and partial sectional view of a measuring instrument according to the invention and Figure 2 shows the path of the light beam in greater detail. The measuring instrument

consists in principle of two light conductors 1 and 2 comprising a core and a cladding the refractive index of the core being higher than that of the cladding. The core may have a constant refractive index or a parabolic index distribution over the diameter. In a practical embodiment the core has a diameter of 1.9 mm and the light conductor has a diameter of 2.5 mm. The length of the light conductors matches the technical conditions, for example, the length of the reactor. The coupling of a normal optical fibre or optical fibre bundle to the rod must take place at a site of comparatively low temperature because the said fibre has a synthetic resin cladding. The length may be, for example, 1.5 m. Both light conductors are present in a tube 3 of fused silica, for example, having for example a wall thickness of 2 mm. This tube may also consist of a hard glass or a ceramic rod having two channels accommodating the rods. At the end which is to be inserted into the reactor the tube is closed by an optical window 4, preferably of fused silica. The light conductors 1 and 2 can be positioned accurately in the tube by means of spacers two of which are shown: 4A, 4B.

At the bent ends projecting from the tube the light conductors 1 and 2 are provided with couplings 5 and 6 to which glass fibre bundles 7 and 8 may be connected as shown which form a connection with the light source 9 and the processing equipment including the detector 10, respectively. Tube 3 is closed by window 4 and during the measurement comprises a sleeve of a tube, for example, of quartz glass 11 sealed on one side with an optical window 12. Tube 11 and tube 3 must fit accurately, in practice the inside diameter of the tube 11 may be, for example, 0.5 mm larger than the outside diameter of tube 3 or less. The sleeve may have a length between 20 and 30 cm, so that no reactive gases may penetrate and reach window 4.

Fig. 2 shows the situation during the measurement in greater detail, the end shown is in the reactor during the measurement.

Light from the light source 9 is guided to the measuring site via the glass fibre bundle 7, the coupling 5 and the light conductor 1 (optical window 12) the light beam reflects against both sides of the layer 13 growing on the window 12. Two reflected beams are formed which are the sums of two set of modes which interfere with each other in accordance with the difference in optical path length. In accordance with the thickness in the layer the processing apparatus will observe and signal variations in the intensity of light and optionally convert them into a signal to control the deposition process.

In principle the sleeve 11 would have to have the same length as the tube 3 to prevent the

deposition reactor from also taking place on the window 4 closing the tube. In practice, however, it has surprisingly been found that this is not necessary. In the embodiment described in which the sleeve is present entirely within the reactor and has a length between 20 and 30 cm and leaves a gap of 0.5 mm it has been found that at a pressure of 0.3 to 0.9 bar in the reactor less than 1% of the material which was deposited on the outside is deposited on the optical window on the inside of the sleeve during a deposition time of 60 minutes.

A suitable length in practice is 25 cm. The temperature in the reactor during the test was 800° C, alternate layers of Si_3N_4 and SiO_2 being deposited reactively. By means of the measuring instrument the deposition process in which $1/4\lambda$ layers of alternately a high and a low refractive index were deposited simultaneously on 700 envelopes of incandescent lamps can be controlled.

So it suffices that the length of the gap is larger than the depth of penetration of the gases in the gap during the low pressure CVD process.

Claims

1. A device for the continuous measurement of the thickness of layers which are deposited on a substrate at low pressure, comprising a light source, two light conductors one of which guides the light to the growing layer and the other light conductor guides the light reflected on the interface between substrate and growing layer and the light reflecting on the interface between the growing layer and the surrounding atmosphere to a detector which also belongs to the device for measuring layer thicknesses, which indicates variations in the intensity of the light as a result of a varying interference between the two reflected light rays occurring in accordance with the optical path length in the growing layer, characterized in that the light conductors are present in a pipe which is closed at one end by an optical window and which consists of a material which can withstand the conditions in the space in which the CVD process is carried out and at said end comprises an exchangeable sleeve which at one end has an optical window and which can be slid so as to fit on the pipe in which the light conductors are present.

2. A device for measuring layer thicknesses as claimed in Claim 1, characterized in that the pipe in which light conductors are present and the exchangeable sleeve consist of fused silica or hard glass having a softening temperature higher than the temperature to which it is exposed during the low-pressure CVD process.

3. A device for measuring layer thicknesses as claimed in Claim 1, characterized in that the length of the sleeve and the fitting define a gap having a length which is larger than the depth of penetration of the gases in the gap during the low-pressure CVD process.

4. A device for measuring layer thicknesses as claimed in Claim 1, characterized in that the sleeve has a length from 20 to 30 cm.

5. A device for measuring layer thicknesses as claimed in Claim 1, characterized in that the sleeve has a length of 30 cm.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

4

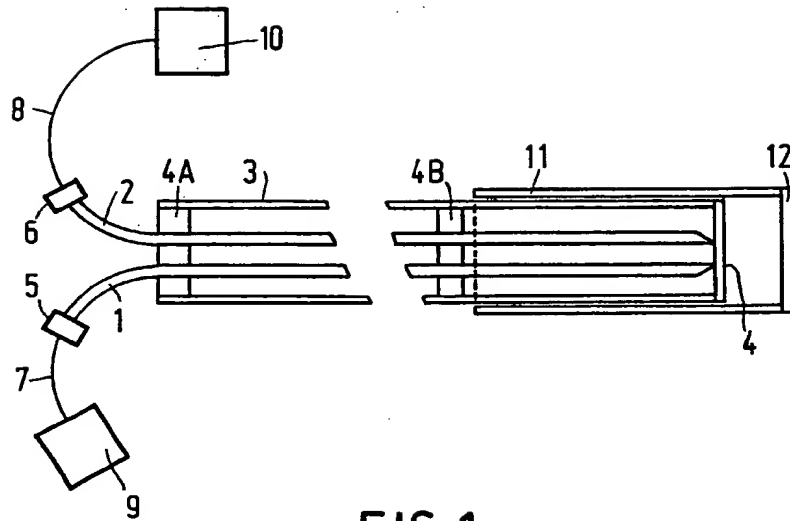


FIG. 1

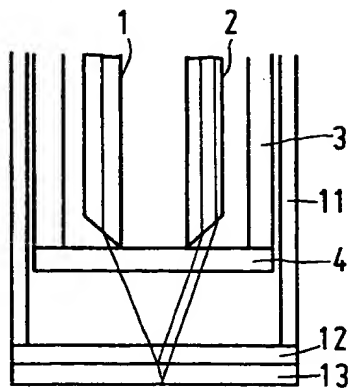


FIG. 2



European Patent
Office

EUROPEAN SEARCH REPORT

Application Number

EP 88 20 1260

DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category	Citation of document with indication, where appropriate, of relevant passages	Relevant to claim	CLASSIFICATION OF THE APPLICATION (Int. CL4)
A	NL-A-6 816 043 (BALZERS) * Claim 1; figure * ---	1	G 01 B 11/06 C 23 C 16/52
A,D	PHILIPS TECHNICAL REVIEW, vol. 43, no. 3, January 1987, pages 58-60; P.J.W. SEVERIN et al.: "Applications of light guides in process control" * Pages 59,60 * ---	1	
A	US-A-4 582 431 (HONEYWELL INC.) * Abstract; figures * -----	1	
			TECHNICAL FIELDS SEARCHED (Int. CL4)
			G 01 B C 23 C H 01 J H 01 K
The present search report has been drawn up for all claims			
Place of search THE HAGUE		Date of completion of the search 08-09-1988	Examiner RAMBOER P.
CATEGORY OF CITED DOCUMENTS X : particularly relevant if taken alone Y : particularly relevant if combined with another document of the same category A : technological background O : non-written disclosure P : intermediate document T : theory or principle underlying the invention E : earlier patent document, but published on, or after the filing date D : document cited in the application L : document cited for other reasons & : member of the same patent family, corresponding document			